

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-154319

(43) 公開日 平成11年(1999) 6月8日

(51) Int.Cl.⁸

識別記号

F I

G 1 1 B 5/66
5/84

G 1 1 B 5/66
5/84

A

審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平10-91407

(22) 出願日 平成10年(1998) 4月3日

(31) 優先権主張番号 特願平9-254805

(32) 優先日 平9(1997) 9月19日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000005968

三菱化学株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目5番2号

(72) 発明者 齋木 淳

神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地

三菱化学株式会社横浜総合研究所内

(72) 発明者 岡田 英夫

神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地

三菱化学株式会社横浜総合研究所内

(72) 発明者 宮元 幸博

神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地

三菱化学株式会社横浜総合研究所内

(74) 代理人 弁理士 長谷川 曉司

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体用基板、磁気記録媒体及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 ガラス基板と密着性の高いN i P無電解メッキ層を有する磁気記録媒体用基板を提供する。

【解決手段】 表面に、長さ及び幅が0. 0 0 1 ~ 5 μ mである微細な凹部を有するガラス基板に、N i P無電解メッキ層を設けてなることを特徴とする磁気記録媒体用基板

【特許請求の範囲】

【請求項1】 表面に、長さ及び幅が $0.001 \sim 5 \mu\text{m}$ である微細な凹部を有するガラス基板に、NiP無電解メッキ層を設けてなることを特徴とする磁気記録媒体用基板。

【請求項2】 ガラス基板表面に対する微細な凹部の面積率が、 $10 \sim 80\%$ であることを特徴とする請求項1に記載の磁気記録媒体用基板。

【請求項3】 ガラス基板が、 $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O}$ 系結晶化ガラスからなることを特徴とする請求項1または2に記載の磁気記録媒体用基板。

【請求項4】 表面に、長さ及び幅が $0.001 \sim 5 \mu\text{m}$ である微細な凹部を有するガラス基板上に、少なくともNiP無電解メッキ層、下地層、磁性層および保護層を順次に設けてなる磁気記録媒体。

【請求項5】 ガラス基板が、 $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O}$ 系結晶化ガラスからなることを特徴とする請求項4記載の磁気記録媒体。

【請求項6】 ガラス基板表面をラッピング処理した後、エッチングを行い、基板表面に長さ及び幅が $0.001 \sim 5 \mu\text{m}$ の微細な凹部を形成することを特徴とする磁気記録媒体用基板の製造方法。

【請求項7】 結晶化ガラスからなる基板を $\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HF}$ 濃度が 20 g/l 以上の溶液でエッチング処理し、基板表面に長さ及び幅が $0.001 \sim 5 \mu\text{m}$ の微細な凹部を形成することを特徴とする磁気記録媒体用基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、磁気記録媒体用基板およびその基板を用いた磁気記録媒体に関するものである。特に、ガラス基板と密着性の高いNiP無電解メッキ層を有する磁気記録媒体用基板に係わる。具体的には、情報産業等で利用される固定型の薄膜磁気記録ディスク等の高記録密度磁気記録媒体における基板、この基板を用いた磁気記録媒体及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、コンピュータなどの情報処理装置の外部記憶装置として固定磁気ディスク装置が多く用いられている。この固定磁気ディスク装置に搭載される磁気ディスクは、一般に、アルミニウム合金からなる非磁性基板の表面に、NiP無電解メッキ層を形成し、所要の平滑化処理、テクスチャリング処理などを施した後、その上に、非磁性金属下地層、磁性層、保護層、潤滑層などを順次形成して作製されている。

【0003】 磁気ディスク装置では、記録再生用ヘッドが磁気記録媒体上を一定の浮上量で移動しているが、近年、磁気記録媒体の面記録密度の急激な増加に伴って、この浮上量が極めて小さくなっている。また、磁気ディスク装置の小型化、軽量化も急速に進んでおり、これら

に対応するためには、磁気記録媒体の表面の粗さをより一層小さくすることが必要であり、既に媒体表面粗さはRaで数Å程度まで小さくなっている。さらに、可搬型の固定磁気ディスク装置に対応するために磁気ディスクに要求される耐衝撃性も $400 \text{ G} \sim 800 \text{ G}$ と高い値となってきたため、耐衝撃性に対して従来のアルミニウム合金からなる基板では対応が難しくなっている。そこで、耐衝撃性、表面平滑性などの見地から、アルミニウム合金基板に代わって、極めて小さな表面粗さを達成することができ、かつ機械的強度にも優れているガラス基板が使用され始めている。

【0004】 NiP無電解メッキを施したアルミニウム合金基板においては、多くの場合、その表面に研磨により基板円周方向に同心円状のテクスチャリングが施されている。これは、主に記録再生用のヘッドと磁気記録媒体との間の摩擦特性を良好ならしめ、耐久性を確保することを目的としている。また、近年では磁気ディスク装置作動時のヘッドの浮上量が著しく小さくなっていることに伴い、研磨によるテクスチャリングに代えて、CSSゾーンのみにレーザービームによるテクスチャリング、すなわちレーザービームにより突起を形成することが試みられている。（特開平8-129749号公報等）

【0005】 しかしながら、NiP無電解メッキを施したアルミニウム合金基板とは異なり、ガラス板に直接レーザービームを照射して突起を形成することは、突起形状制御性が悪いため極めて困難である。そこで、レーザーテクスチャー技術をガラス基板に適用するためには、予め基板上にNiP無電解メッキ層を形成する必要がある。

【0006】 特開昭61-54018号公報等には、ガラス基板上にNiP無電解メッキ膜を形成することが提案されている。ところが、ガラス基板へ無電解メッキ法によりNiP層を密着性良く形成することは技術的に困難である。そこで、ガラス基板とNiP無電解メッキ膜の密着性を改善するために、メッキに用いるガラス基板表面を機械的または化学的に粗面化する方法や、無電解メッキの前処理を行う方法が提案されている。例えば、機械的な粗面化方法としては、 Al_2O_3 等の研磨剤を用いた砥石により表面粗さが中心線平均粗さRaで 100 Å 以上研磨する方法が知られており、化学的な粗面化方法としては、アルカリ脱脂した後、フッ化水素酸等でエッチングする方法が知られている。また、無電解メッキの前処理として、塩化第一スズの溶液で増感し、続いて塩化パラジウムの溶液で活性化する方法などが提案されている。（特開平7-272263号公報等。）

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、これらの方法では、ガラス基板上に良好な磁気ディスクを得るに十分な密着性と平滑性を有するNiP層を無電解メツ

キ法で形成することができなかった。本発明は、上述の点に鑑みなされたものであり、その目的は、ガラス基板とNiP無電解メッキ層との密着性に優れ、高い耐衝撃性、表面平滑性を有し、しかも、ヘッドの低浮上高さが安定して得られる磁気記録媒体用基板および磁気記録媒体を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記実情に鑑み鋭意検討した結果、表面に特定の微細凹部を有するガラス基板を用いることにより、上記の諸要件を満たす優れたNiP層が基板の上に形成されることを見出し、本発明に達したものである。すなわち、本発明の要旨は、表面に、長さ及び幅が0.001～5μmである微細な凹部を有するガラス基板に、NiP無電解メッキ層を設けてなることを特徴とする磁気記録媒体用基板に存する。

【0009】以下、本発明を詳細に説明する。本発明の磁気記録媒体用基板は、ガラス基板とNiP無電解メッキ層との密着性を向上させるため、表面に特定の微細な凹部を有するガラス基板が使用される。本発明によれば、基板表面の凹部は、走査型電子顕微鏡（SEM）の2次電子像により、黒い部分として観察、測定される。すなわち、凹部は、SEMの2次電子像で観察した場合、影にあたるため、黒く観察される。具体的には、凹部の長さ及び幅は、倍率30,000倍のSEMを用いて、基板表面を2次電子線のディテクターに対し40度傾けて、観察し、測定される。

【0010】凹部の形状としては、円形、楕円形、角形等のいずれの形状であってもよく、また、これらの形状の凹部が混在していても良い。本発明においては、凹部の長さ及び幅が、それぞれ0.001～5μm、好ましくは、0.01～0.5μmである微細な凹部を有するガラス基板が使用される。凹部の長さ及び幅が、0.001未満、あるいは5μmを越える場合には、NiP無電解メッキ層との密着性が十分得られない。ここで、凹部の長さとは、凹部の最長な直線部分を、幅とはその長さに垂直な方向での最長な直線部分を示す。また、個々の凹部の長さ、幅が異なる場合には、20個以上の平均値を凹部の長さ、幅とする。

【0011】さらには、凹部の占める面積率は、SEMで観察した場合に、基板表面に対し10～80%であることが好ましい。面積率が10%未満、あるいは80%を越えるとNiP無電解メッキ層との密着性が十分ではなく、剥離しやすい。また、凹部の深さは好ましくは0.001～5μm、更に好ましくは0.01～0.5μmである。

【0012】ガラス基板の材質としては、特に限定されないが、結晶化ガラスが好ましく、更にはSiO₂-Li₂O系の結晶化ガラスが好適に使用される。これは、結晶化ガラスを用いると基板表面のアモルファス領域を

選択的にエッチングできるため、表面の平滑性のある程度損なうことなく、適切に微細な凹部を形成するため好適である。結晶化の度合いが小さい場合には、均一なエッチングによって微細な凹みが形成されず密着性が悪化しやすい。好ましくは、結晶サイズが0.05～0.5μmが望ましい。使用されるガラス基板は、予めその表面が研磨処理により鏡面仕上げされていていてもなくても良い。

【0013】ガラス基板の表面の微細な凹部は、エッチング等の化学処理や表面改質により形成される。例えば、結晶化ガラスに対しては、エッチング剤として酸性フッ化アンモニウム（NH₄F・HF）を含有する水溶液を用いて化学エッチング処理を行うことにより、表面に微細な凹部を形成することができる。酸性フッ化アンモニウムの濃度としては、20g/l以上が好ましい。凹部の大きさは、エッチング剤の濃度、処理温度、処理時間などを適宜選択することにより制御することが可能である。

【0014】本発明の磁気記録媒体用基板は、上記ガラス基板を、公知の方法により順次、感受性化工程、活性化工程およびNiP無電解メッキ工程を通じて製造される。そして、通常は、感受性処理の前には、脱脂処理が設けられる。また、各工程間には水洗工程が設けられ、洗浄水としては、イオン交換水または超純水が適宜使用される。

【0015】脱脂工程は、ガラス基板の表面を洗浄する工程であり、例えば、超純水、アルカリ洗浄剤、酸洗浄剤、界面活性剤などを使用する方法が挙げられる。感受性化工程および活性化工程は、ガラス基板にNiP無電解メッキを開始させるために必要な触媒活性を与える工程である。すなわち、ガラス表面は触媒活性がないため、無電解メッキを開始するためには、ガラスの表面にAu、Pt、Pd、Ag等の貴金属の触媒核を形成することが必要である。

【0016】上記の各工程は、公知の方法により、次のように実施される。（表面技術Vol.44 No.10、1993「ガラスと無電解ニッケルめっきの密着性」、堀田慎一他参照。）

感受性化工程において、まず、Sn、Ti、Pd、Hg等からなる2価の金属イオンを吸着させる。通常、0.05g/l程度の塩化スズ水溶液が好適に使用され、常温で塩化スズ水溶液中に1～3分程度浸漬される。次に、活性化工程として、前記の触媒核となる貴金属を含む含む活性化処理溶液に上記のガラス基板を浸漬し、吸着した2価の金属イオンの還元作用により、ガラス基板の表面に触媒核を形成させる。通常、0.05g/l程度の塩化パラジウム水溶液が好適に使用され、常温で塩化パラジウム水溶液中に1～3分程度浸漬させる。

【0017】活性化工程で処理されたガラス基板は、公知の方法によってNiP無電解メッキされる。通常、市

販のNiP無電解メッキ浴が使用され、ガラス基板はメッキ浴中で所定時間処理される。NiP無電解メッキ層の厚さは任意に選択されるが、良好な磁気記録媒体のためには、1～10 μ mの範囲が良い。

【0018】本発明者らの知見によれば、ガラス基板とNiP層との密着性を高めるためには、物理的アンカー効果を高めることが必要であり効果的である。すなわち、本発明によれば、化学エッチング処理により基板表面に形成した長さ及び幅が0.001～5 μ mの微細な凹部内に、感受化処理によりSnが入り込み、さらに活性化処理により還元作用でPdが入り込むと考えられる。そして、本発明により形成された凹部はその深さ方向における形状が直線的でないため、この微細な凹部にNiPが入り込み、多方向に根を張ることにより物理的アンカー効果を高め、これによりガラス基板とNiPメッキ層との密着を強固にするものと思われる。凹部の深さ方向における形状が直線上でない理由は明確にはなっていないが、結晶化ガラスの場合には結晶化された部分と結晶化されていない部分で、溶解速度が異なるため、結晶化された部分の周囲に凹部が形成されるからではないかと考えられる。

【0019】また、基板表面を研削処理（ラッピング処理）すると、砥粒の粒度分布があるため、粒径の大きな砥粒により、ガラス表面に凹部が形成される。これをラッピング処理後にエッチング処理を行うと、ラッピング処理により形成された凹部の側面に微細な凹部が形成される。ラッピング処理は必ずしも必要でなく、基板の表面状態や種類等によって採用・不採用を決定すればよい。

【0020】NiP無電解メッキを施したガラス基板は、必要に応じて研磨処理を行ったり、レーザービームによるテキスチャリング、機械テキスチャリング等のテキスチャー処理を適宜行うことができる。次いで、常法に従って磁気記録層を形成する。通常はCr下地層、磁性層、保護層及び潤滑層の順に各層が積層されるように形成する。

【0021】Cr下地層の膜厚は、磁気記録媒体に所望の磁気特性に合わせて設定するが、通常は100～1000 \AA である。Cr下地層は通常は純Crで形成するが、合計で20原子%程度までの他の元素を含有させてもよい。Cr下地層は通常は1層であるが、所望ならば複数の層からなる多層膜とすることもできる。磁性層は通常はCo系合金、例えばCoNiCr、CoCr、CoCrTa、CoCrPt、CoCrPtTa、CoCrPtB、CoNiPt、CoNiCrBTa、CoSmなどで形成する。磁性層の膜厚は通常100～500 \AA である。磁性層は1層であっても多層であってもよい。

【0022】保護層は通常はアモルファスカーボン、水素化カーボンなどの炭素材料や、シリカ、ジルコニアな

どの金属酸化物で形成され、その膜厚は通常30～500 \AA 、好ましくは30～200 \AA である。保護層は1層であっても多層であってもよい。潤滑層はフッ素系液体潤滑剤などを保護層に塗布することにより形成される。なお、保護層と潤滑層とは、磁気記録媒体として不可欠ではないが、磁気記録媒体の耐久性や記録再生用ヘッドとの摩擦特性などからして、この両層を設けておくのが極めて望ましい。

【0023】下地層、磁性層及び保護層の形成は、直流スパッタリング法、高周波スパッタリング法、真空蒸着法など、常法により行うことができる。本発明によれば、上記のようなガラス基板にNiP無電解メッキを行うことにより、ガラス基板とNiP無電解メッキ膜との剥離等を引き起こさない充分な強さの密着性を有し、耐衝撃性に優れた磁気記録媒体を得ることが可能となる。

【0024】

【実施例】以下、実施例により本発明を更に詳細に説明するが、本発明はその要旨を越えない限り、以下の実施例に限定されるものではない。なお、各実施例において、以下の条件で測定、評価を行った。

（1）ガラス基板の表面形状

倍率30,000倍の走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて、2次電子線のディテクターに対し40度傾けて観察し、基板表面の凹部の長さ・幅、および基板表面に対する凹部の面積率を求めた。

（2）ガラス基板とNiP無電解メッキ層との密着性
JISK5400-8.15の基盤目試験により密着性を評価した。評価点数10は良好な密着性を有することを示す。

【0025】実施例1

市販のSiO₂-Li₂O系の結晶化ガラスを使用し、固定砥粒による研削（グライディング）処理を行った後、研削剤（フジインコーポレーティッド社製、商品名「人造研削剤F0（複合人造エメリー）」：比重3.90以上：Al₂O₃45重量%以上、TiO₂0重量%以下、ZrSiO₄9重量%以下：粒度区分#1000（最大粒子径27 μ m以下））によりラッピング処理を行った。その後、ガラス用アルカリ洗剤（株式会社パーカーコーポレーション社製、商品名「PK-LCG22」）により浴温50℃で10分間、洗浄処理し、次いで水洗後、酸性フッ化アンモニウム（関東化学株式会社製、NH₄F・HF、JIS番号K8817）50g/l中に、室温で2分間、上記結晶化ガラスを浸漬してエッチング処理を行い、水洗を行った。

【0026】得られたガラス基板表面の微細凹部の長さは、0.1 μ m、幅は0.06 μ mであった。微細凹部は、基板表面に40個/ μ m²存在し、基板表面に対する凹部の面積率は55.8%であった。次に、微細凹部を有するガラス基板を、市販の0.05g/lのSnCl₂水溶液に室温で2分間浸漬し、水洗を行い、感受性

化処理を行った。その後、市販の0.05 g/lのPdCl₂水溶液に室温で2分間浸漬し、水洗を行い活性化処理を行った。次いで、NiP無電解メッキで膜厚15 μmのNiP層を成膜した。さらに、メッキ後に密着性を向上させるため、150℃で1時間のベーキング処理を行った。このようにして得られたNiP層とガラス基板の密着性を評価した結果、評価点数が10であり、良好な密着性を有することが確認された。

【0027】実施例2～3

エッチング液のフッ化アンモニウムの濃度を表1に示す条件とした以外は実施例1と同様の方法で、ガラス基板にNiP無電解メッキ層を形成した。エッチング処理後の基板表面形状と、ガラス基板とNiP無電解メッキ層

との密着性を表1に示す。いずれも、密着性の評価点数は10であり、良好な密着性を有する。

【0028】比較例1

エッチング液のフッ化アンモニウムの濃度を表1に示す条件とした以外は実施例1と同様の方法で、ガラス基板にNiP無電解メッキ層を形成した。エッチング処理後の基板表面形状のSEM観察では、凹部が観察されなかった。このNiP無電解メッキ層との密着性を表1に示す。密着性の評価点数は5であり、十分な密着性を得ることができなかった。

【0029】

【表1】

	酸性フッ化 アンモニウム (g/l)	凹部		密着性	
		長さ (μm)	幅 (μm)	面積率 (%)	(評価点数)
実施例1	50	0.1	0.06	55.8	10
実施例2	30	0.2	0.1	72.5	10
実施例3	80	0.05	0.03	49.9	10
比較例1	3	—	—	8.9	5

【0030】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、強固に密着したNiP層を有するガラス基板が得られ、

耐久性及び対衝撃性に優れた磁気記録媒体が実現できる他、金属基板を使用した従来の製造プロセスをガラス基板にも適用できるという効果を有する。

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-154319

(43)Date of publication of application : 08.06.1999

(51)Int.Cl.

G11B 5/66

G11B 5/84

(21)Application number : 10-091407

(71)Applicant : MITSUBISHI CHEMICAL CORP

(22)Date of filing : 03.04.1998

(72)Inventor : SAIKI ATSUSHI

OKADA HIDEO

MIYAMOTO YUKIHIRO

(30)Priority

Priority number : 09254805

Priority date : 19.09.1997

Priority country : JP

(54) SUBSTRATE FOR MAGNETIC RECORDING MEDIUM, MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a medium which has an excellent adhesion property of a glass substrate and an NiP electroless plating layer, has high impact resistance and surface smoothness and makes it possible to obtain the low flying height of a head by disposing the NiP electroless plating layer on the glass substrate having the very fine recessed parts specified in length and width on its front surface.

SOLUTION: The glass substrate having the very fine recessed parts of 0.001 to 5 μm , more preferably 0.01 to 0.5 μm respective in the length and width of the recessed parts of the substrate surface is used. If the length and width of the recessed parts are below 0.01 μm or exceed 5 μm , the adhesion property of the glass substrate and the NiP electroless plating layer is not sufficiently obtainable. The length of the recessed parts refers to the longest straight parts of the recessed parts and the width indicates the longest straight parts in the direction perpendicular to the length thereof. Further, if the length and width of the respective recessed parts vary, the average value of ≥ 20 pieces is specified as the length and width of the recessed parts.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-154319

(43)Date of publication of application : 08.06.1999

(51)Int.Cl. G11B 5/66
G11B 5/84

(21)Application number : 10-091407

(71)Applicant : MITSUBISHI CHEMICAL CORP

(22)Date of filing : 03.04.1998

(72)Inventor : SAIKI ATSUSHI
OKADA HIDEO
MIYAMOTO YUKIHIRO

(30)Priority

Priority number : 09254805 Priority date : 19.09.1997 Priority country : JP

(54) SUBSTRATE FOR MAGNETIC RECORDING MEDIUM, MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a medium which has an excellent adhesion property of a glass substrate and an NiP electroless plating layer, has high impact resistance and surface smoothness and makes it possible to obtain the low flying height of a head by disposing the NiP electroless plating layer on the glass substrate having the very fine recessed parts specified in length and width on its front surface.

SOLUTION: The glass substrate having the very fine recessed parts of 0.001 to 5 μm , more preferably 0.01 to 0.5 μm respective in the length and width of the recessed parts of the substrate surface is used. If the length and width of the recessed parts are below 0.01 μm or exceed 5 μm , the adhesion property of the glass substrate and the NiP electroless plating layer is not sufficiently obtainable. The length of the recessed parts refers to the longest straight parts of the recessed parts and the width indicates the longest straight parts in the direction perpendicular to the length thereof. Further, if the length and width of the respective recessed parts vary, the average value of ≥ 20 pieces is specified as the length and width of the recessed parts.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] A substrate for magnetic-recording data medium characterized by coming to prepare a NiP electroless deposition layer in the surface at a glass substrate which has a detailed crevice length and whose width of face are 0.001-5 micrometers.

[Claim 2] A substrate for magnetic-recording data medium according to claim 1 with which a detailed rate of area of a crevice to the glass substrate surface is characterized by being 10 - 80%.

[Claim 3] A substrate for magnetic-recording data medium according to claim 1 or 2 characterized by a glass substrate consisting of SiO₂-Li₂O system glass ceramics.

[Claim 4] Magnetic-recording data medium which comes to prepare a NiP electroless deposition layer, a substrate layer, a magnetic layer, and a protective layer one by one at least on a glass substrate which has on the surface a detailed crevice length and whose width of face are 0.001-5 micrometers.

[Claim 5] Magnetic-recording data medium according to claim 4 characterized by a glass substrate consisting of SiO₂-Li₂O system glass ceramics.

[Claim 6] A manufacture method of a substrate for magnetic-recording data medium characterized by performing etching and forming in the substrate surface a detailed crevice length and whose width of face are 0.001-5 micrometers after carrying out wrapping processing of the glass substrate surface.

[Claim 7] A manufacture method of a substrate for magnetic-recording data medium which NH₄F-HF concentration carries out etching processing of the substrate which consists of crystallization glass with a solution of 20 or more g/l, and is characterized by forming in the substrate surface a detailed crevice length and whose width of face are 0.001-5 micrometers.

[Translation done.]

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[The technical field to which invention belongs] This invention relates to magnetic-recording data medium which used the substrate for magnetic-recording data medium, and its substrate. Especially, it is involved in a glass substrate and the substrate for magnetic-recording data medium which has the high NiP electroless deposition layer of adhesion. Specifically, it is related with the substrate in high recording density magnetic-recording data medium, magnetic-recording data medium using this substrate, and its manufacture methods of the cover half used by the information industry etc., such as a thin film magnetic-recording disk.

[0002]

[Description of the Prior Art] In recent years, many hard disk equipments are used as external storage of information processors, such as a computer. After the magnetic disk carried in this hard disk equipment generally forms a NiP electroless deposition layer in the surface of the nonmagnetic substrate which consists of an aluminium alloy and performs necessary data smoothing, texture ring processing, etc., on it, it carries out sequential formation of a non-magnetic metal substrate layer, a magnetic layer, a protective layer, the lubricating layer, etc., and is produced.

[0003] In the magnetic disk drive, although the arm head for record playback is moving by the fixed flying height in the magnetic-recording data-medium top, this flying height is very small in recent years with the rapid increment in the surface recording density of magnetic-recording data medium. Moreover, in order for the miniaturization of a magnetic disk drive and lightweight-ization to also progress quickly and to correspond to these, it is required to make still smaller granularity of the surface of magnetic-recording data medium, and data-medium surface roughness is already small to about several angstroms by Ra. Furthermore, since the shock resistance required of a magnetic disk since it corresponds to the hard disk equipment of a portable mold is also becoming 400G-800G, and a high value, in the substrate which consists of the conventional aluminium alloy to shock resistance, correspondence is difficult. Then, the glass substrate which can attain very small surface roughness and is excellent also in the mechanical strength instead of the aluminium alloy substrate from standpoints, such as shock resistance and surface smooth nature, is beginning to be used.

[0004] In many cases, in the aluminium alloy substrate which performed NiP electroless deposition, the concentric circle-like texture ring is given to the substrate circumferencial direction by polishing on the surface. If this is good, it mainly closes the friction property between the arm head for record playback, and magnetic-recording data medium, and it aims at securing endurance. Moreover, in recent years, to replace with the texture ring by polishing and to form a projection only in a CSS zone with the texture ring by the laser beam, i.e., a laser beam, in connection with the flying height of the arm head at the time of magnetic disk drive actuation being remarkably small, is tried. (JP,8-129749,A etc.)

[0005] However, since the projection configuration controllability is bad, it is very difficult unlike the aluminium alloy substrate which performed NiP electroless deposition, to irradiate a direct laser beam and to form a projection in a glass plate. So, in order to apply laser texture technology to a glass substrate, it is necessary to form a NiP electroless deposition layer on a substrate beforehand.

[0006] Forming a NiP electroless deposition film on a glass substrate is proposed by JP,61-54018,A. However, it is technically difficult to form a NiP layer in a glass substrate with sufficient adhesion by the electroless deposition method. Then, in order to improve the adhesion of a glass substrate and a NiP electroless deposition film, the method of split-face-izing the glass substrate surface used for plating mechanically or chemically and the method of performing pretreatment of electroless deposition are proposed. for example, -- as the mechanical split-face-ized method -- aluminum 2O3 etc. -- the method which 100A or more of surface roughness grinds by center line average-of-roughness-height Ra with the grinding stone using an abrasive material is learned, and as the chemical ****-ized method, after

carrying out alkaline degreasing, the method of etching by a hydrofluoric acid etc. is learned. Moreover, the method continuously carried out sensitization and activated with the solution of a palladium chloride with the solution of a stannous chloride as pretreatment of electroless deposition is proposed. (JP,7-272263,A etc.)

[0007]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, by these methods, the NiP layer which has sufficient adhesion and smooth nature to obtain a good magnetic disk was not able to be formed by the electroless deposition method on the glass substrate. This invention is made in view of an above-mentioned point, and the purpose is excellent in the adhesion of a glass substrate and a NiP electroless deposition layer, and it has high shock resistance and surface smooth nature, and is in moreover offering the substrate for magnetic-recording data medium and magnetic-recording data medium by which the low surfacing height of an arm head is obtained by being stabilized.

[0008]

[Means for Solving the Problem] this invention persons reach [that an outstanding NiP layer which satisfies many above-mentioned requirements is formed on a substrate, and] a header and this invention by using for the surface a glass substrate which has a specific detailed crevice, as a result of inquiring wholeheartedly in view of the above-mentioned actual condition. That is, a summary of this invention consists in a substrate for magnetic-recording data medium characterized by coming to prepare a NiP electroless deposition layer in a glass substrate which has on the surface a detailed crevice length and whose width of face are 0.001-5 micrometers.

[0009] Hereafter, this invention is explained to details. In order that a substrate for magnetic-recording data medium of this invention may raise the adhesion of a glass substrate and a NiP electroless deposition layer, a glass substrate which has a specific detailed crevice is used for the surface. According to this invention, a crevice on the surface of a substrate is observed and measured as a black portion with a secondary electron image of a scanning electron microscope (SEM). That is, since a shadow is hit when it observes by secondary electron image of SEM, a crevice is observed black. Using SEM 30,000 times the scale factor of this, length and width of face of a crevice lean the substrate surface 40 degrees to a detector of a secondary electron line, observe it, and, specifically, are measured.

[0010] As a configuration of a crevice, you may be which configurations, such as circular, an ellipse form, and a square shape, and a crevice of these configurations may be intermingled. In this invention, a glass substrate with which length and width of face of a crevice have a detailed crevice which is 0.01-0.5 micrometers preferably 0.001-5 micrometers, respectively is used. When length and width of face of a crevice exceed less than 0.001 and 5 micrometers, adhesion with a NiP electroless deposition layer is not acquired enough. Here, the length of a crevice indicates a part for a longest bay in a direction perpendicular to the length to be width of face for a part for a longest crevice bay. Moreover, when the length of each crevice differs from width of face, let the averages of 20 or more pieces be the length of a crevice, and width of face.

[0011] Furthermore, when it observes by SEM, as for a rate of area which a crevice occupies, it is desirable that it is 10 - 80% to the substrate surface. If a rate of area exceeds less than 10% or 80%, adhesion with a NiP electroless deposition layer will tend to exfoliate rather than will be enough. Moreover, 0.001-5 micrometers of depth of a crevice are 0.01-0.5 micrometers still more preferably preferably.

[0012] Especially as the quality of the material of a glass substrate, although not limited, glass ceramics are desirable and glass ceramics of a SiO₂-Li₂O system are used further suitably. Without spoiling surface smooth nature to some extent, since an amorphous field on the surface of a substrate can be alternatively etched if crystallization glass is used, since this can form a detailed crevice appropriately, it is suitable. When a degree of crystallization is small, a detailed depression is not formed of uniform etching, but adhesion tends to get worse by it. Preferably, 0.05-0.5 micrometers has desirable crystal size. A glass substrate used does not have to be carried out even if mirror plane finishing of the surface is beforehand carried out by polishing processing.

[0013] A crevice where the surface of a glass substrate is detailed is formed of chemical treatments and surface treatment, such as etching. For example, a detailed crevice can be formed in the surface by performing chemical etching processing to crystallization glass using an aqueous solution which contains acid ammonium fluoride (NH₄F-HF) as an etching agent. As concentration of acid ammonium fluoride, 20 or more g/l is desirable. Magnitude of a crevice can be controlled by choosing suitably concentration of an etching agent, processing temperature, the processing time, etc.

[0014] A substrate for magnetic-recording data medium of this invention is manufactured one by one in the above-mentioned glass substrate through a susceptibility-ized production process, an activation production process, and a NiP electroless deposition production process by well-known method. And before susceptibility processing, degreasing processing is usually prepared. Moreover, a rinsing production process is established between each production process, and ion exchange water or ultrapure water is suitably used as wash water.

[0015] A degreasing production process is a production process which washes the surface of a glass substrate, for

example, a method of using ultrapure water, an alkali cleaner, an acid cleaning agent, a surfactant, etc. is mentioned. A susceptibility-ized production process and an activation production process are production processes which give catalytic activity required in order to make a glass substrate start NiP electroless deposition. That is, the glass surface needs to form a catalyst nucleus of noble metals, such as Au, Pt, Pd, and Ag, on the surface of glass, in order to start electroless deposition, since there is no catalytic activity.

[0016] Each above-mentioned production process is carried out as follows by well-known method. (Reference besides the adhesion of surface technical Vol.44 No.10, and 1993"glass and non-electrolyzed nickel plating", and Shin-ichi Hotta.)

A divalent metal ion which consists of Sn, Ti, Pd, Hg, etc. is made to adsorb first in a susceptibility-ized production process. Usually, a tin chloride aqueous solution of a 0.05 g/l degree is used suitably, and it is immersed about 1 to 3 minutes into a tin chloride aqueous solution in ordinary temperature. Next, a catalyst nucleus is made to form in an included activation solution containing noble metals which serve as the aforementioned catalyst nucleus as an activation production process on the surface of a glass substrate according to a reduction operation of a divalent metal ion which was immersed and adsorbed the above-mentioned glass substrate. Usually, a palladium-chloride aqueous solution of a 0.05 g/l degree is used suitably, and you make it immersed about 1 to 3 minutes into a palladium-chloride aqueous solution in ordinary temperature.

[0017] NiP electroless deposition of the glass substrate processed at an activation production process is carried out by well-known method. Usually, a commercial NiP electroless deposition bath is used and predetermined time processing of the glass substrate is carried out in a plating bath. Although thickness of a NiP electroless deposition layer is chosen as arbitration, for good magnetic-recording data medium, the range of 1-10 micrometers is good.

[0018] According to this invention persons' knowledge, in order to raise the adhesion of a glass substrate and a NiP layer, it is required to heighten a physical anchor effect and it is effective. That is, according to this invention, it is thought that Sn enters by reception-ized processing and Pd enters in a reduction operation by activation further in a detailed crevice whose length and width of face which were formed in the substrate surface by chemical etching processing are 0.001-5 micrometers. And since a crevice formed of this invention does not have the linear configuration in that depth direction, NiP enters this detailed crevice, he heightens a physical anchor effect by stretching a root in the many directions, and it is thought that adhesion with a glass substrate and a NiP deposit is strengthened by this. Although a reason a configuration in the depth direction of a crevice is not on a straight line is not clear, it is a portion which was crystallized in the case of glass ceramics, and the portion which is not crystallized, and since dissolution rates differ, it is thought that it is because a crevice is formed in the perimeter of a crystallized portion.

[0019] Moreover, since there are particle size distribution of an abrasive grain when grinding processing (wrapping processing) of the substrate surface is carried out, a crevice is formed in the glass surface with an abrasive grain with a big particle size. In this, if etching processing is performed after wrapping processing, a detailed crevice will be formed in the side of a crevice formed of wrapping processing. Wrapping processing is not necessarily required and should just determine adoption and a rejection according to a surface state, a class, etc. of substrate.

[0020] If needed, polishing processing can be performed on a glass substrate which performed NiP electroless deposition can perform suitably texture processing of a texture ring by laser beam, a machine texture ring, etc. Subsequently, a magnetic-recording layer is formed according to a conventional method. Usually, it forms so that the laminating of each class may be carried out to order of Cr substrate layer, a magnetic layer, a protective layer, and a lubricating layer.

[0021] Although thickness of Cr substrate layer is set as magnetic-recording data medium according to desired magnetic properties, it is usually 100-1000Å. Cr substrate layer is usually pure -- although formed by Cr, other elements to a 20 atom % degree may be made to contain in total. Although there is usually one Cr substrate layer, if it is a request, it can also be made into multilayers which consist of two or more layers. A magnetic layer is usually formed by Co system alloy, for example, CoNiCr, CoCr, CoCrTa, CoCrPt, CoCrPtTa, CoCrPtB, CoNiPt, CoNiCrBTa, CoSm, etc. Thickness of a magnetic layer is usually 100-500Å. The number of magnetic layers may be one, or they may be multilayers.

[0022] A protective layer is usually formed with metallic oxides, such as carbon materials, such as amorphous carbon and hydrogenation carbon, and a silica, a zirconia, and 30-500Å of the thickness is usually 30-200Å preferably. The number of protective layers may be one, or they may be multilayers. A lubricating layer is formed by applying a fluorine system fluid lubrication agent etc. to a protective layer. In addition, although a protective layer and a lubricating layer are not indispensable as magnetic-recording data medium, it is very desirable [a lubricating layer] to prepare both this layer, considering the endurance of magnetic-recording data medium, a friction property with an arm head for record playback, etc.

[0023] Formation of a substrate layer, a magnetic layer, and a protective layer can be performed with conventional methods, such as a DC-sputtering method, a RF-sputtering method, and a vacuum deposition method. According to this

invention, by performing NiP electroless deposition to the above glass substrates, it has the adhesion of sufficient strength which does not cause exfoliation with a glass substrate and a NiP electroless deposition film etc., and it becomes possible to obtain magnetic-recording data medium excellent in shock resistance.

[0024]

[Example] Hereafter, although an example explains this invention to details further, this invention is not limited to the following examples, unless the summary is exceeded. In addition, in each example, measurement and evaluation were performed on condition that the following.

(1) Using the scanning electron microscope (SEM) 30,000 times the surface type-like scale factor of a glass substrate of this, it leaned 40 degrees, observed to the detector of a secondary electron line, and asked for the rate of area of the crevice to the length, the width of face, and the substrate surface of a crevice on the surface of a substrate.

(2) Adhesion JISK5400 of a glass substrate and a NiP electroless deposition layer The cross cut adhesion test of 8.15 estimated adhesion. It is shown that the evaluation mark 10 have good adhesion.

[0025] After using the crystallization glass of the SiO₂-Li₂O system of example 1 marketing and performing grinding (gliding) processing by bonded abrasive, abrasives (the product made from FUJIMIINKOPORE, more than more than trade name "artificial abrasives F0 (compound artificial emery)":specific gravity 3.90:aluminum 203 45 % of the weight, 2.0 or less % of the weight of TiO₂(s), less than [ZrSiO₄ 9 % of the weight]:grain-size partition #1000 (27 micrometers or less of diameters of grain of maximum size)) performed wrapping processing. Then, washing processing was carried out for 10 minutes at 50 degrees C of bath temperature with the alkali detergent for glass (the Parker, Inc. make, trade name "PK-LCG22"), and it rinsed by immersing for 2 minutes and the above-mentioned crystallization glass at a room temperature, and subsequently after rinsing and to the inside of 50g [l.] acid ammonium fluoride (the Kanto chemistry incorporated company make, NH₄F-HF, JIS number K8817), performing etching processing.

[0026] The length of the detailed crevice on the obtained surface of a glass substrate was 0.1 micrometers, and width of face was 0.06 micrometers. A detailed crevice is 240 pieces/micrometer to the substrate surface. Existing, the rate of area of the crevice to the substrate surface was 55.8%. Next, it is the glass substrate which has a detailed crevice SnCl₂ of commercial 0.05 g/l It rinsed by having been immersed in the aqueous solution for 2 minutes at the room temperature, and susceptibility-ized processing was performed. Then, PdCl₂ of commercial 0.05 g/l It rinsed by having been immersed in the aqueous solution for 2 minutes at the room temperature, and activation was performed. Subsequently, the NiP layer of 15 micrometers of thickness was formed by NiP electroless deposition. Furthermore, in order to raise adhesion after plating, baking processing of 1 hour was performed at 150 degrees C. Thus, as a result of evaluating the adhesion of the obtained NiP layer and a glass substrate, evaluation mark are 10 and having good adhesion was checked.

[0027] Except having considered as the conditions which show the concentration of the ammonium fluoride of an example 2 - 3 etching reagents in a table 1, it is the same method as an example 1, and the NiP electroless deposition layer was formed in the glass substrate. The adhesion of the shape of substrate surface type after etching processing, and a glass substrate and a NiP electroless deposition layer is shown in a table 1. All are 10 and the evaluation mark of adhesion have good adhesion for them.

[0028] Except having considered as the conditions which show the concentration of the ammonium fluoride of example of comparison 1 etching reagent in a table 1, it is the same method as an example 1, and the NiP electroless deposition layer was formed in the glass substrate. A crevice was not observed in SEM observation of the shape of substrate surface type after etching processing. Adhesion with this NiP electroless deposition layer is shown in a table 1. The evaluation mark of adhesion are 5 and were not able to acquire sufficient adhesion.

[0029]

[A table 1]

	Acid fluoride	Crevice	Adhesion	Ammonium (g/l)	Length (micrometer)	Width of face (micrometer)	Rate of area (%)	(evaluation mark)			
Example 1	50	0.1	0.06	55.8	Ten	examples 2	30	0.2	0.1	72.5	Ten
examples 3	80	0.05	0.03	49.9	Example 1 of 10	comparison 3	-	-	8.9	5	

[0030]

[Effect of the Invention] According to this invention, as explained above, the glass substrate which has the NiP layer stuck firmly is obtained, and magnetic-recording data medium excellent in endurance and pair impact nature is realizable, and also it has the effect that the conventional manufacture process which used the metal substrate is applicable also to a glass substrate.